

УДК 621.384

## РАЗРАБОТКА ПЕРВОГО РОССИЙСКОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА ГЕКСАФТОРИДА УРАНА ТИПА МТИ-350Г

А.В. Сапрыгин, В.А.Калашников, Ю.Н.Залесов, В.А.Артемьев, В.П. Гусев, А.Б.Малеев, Д.В.Новиков,  
А.Ю.Ковалев, Н.И.Утев, А.М.Кострюков, В.С.Кисель, С.И.Швецов, А.С.Штань\*, Г.И.Кириянов\*

Уральский элетрохимический комбинат

624130, Новоуральск Свердловской обл., Дзержинского, 2

czl@ueip.ru

\* ВНИИТФА

Москва

В статье изложена основная концепция разработки и создания специализированного масс-спектрометрического оборудования на основе базового аналитического масс-спектрометрического аппаратного комплекса. Описана разработка первого российского масс-спектрометра МТИ-350Г, являющегося специализированным комплексом для измерения изотопного состава урана в газовых технологических пробах и предназначенного для предприятий разделительного производства с использованием в составе оборудования АСУТС.

Концепция развития энергетики в новом столетии предполагает динамичное нарастание энергетических мощностей на базе АЭС. Очевидно, что элементный и изотопный состав ядерного топлива будет усложняться, а требования к точности определения изотопного состава топлива возрастать. Всё актуальнее становится проблема контроля состояния окружающей среды на объектах ядерной энергетики и на прилегающих к ним территориях. Основным методом контроля изотопного состава ядерного топлива является масс-спектрометрический метод. Масштабы государственной программы развития ядерной энергетики и других областей научной и хозяйственной деятельности на ближайшие годы диктуют повышенные требования к масс-спектрометрическим приборам. Этим требованиям удовлетворяет специализированный масс-спектрометр МТИ-350Г, предназначенный для изотопного анализа урана в гексафториде урана ( $UF_6$ ).

Разработка проекта проводилась в рамках принятой концепции построения приборов на основе базового аналитического масс-спектрометрического аппаратного комплекса. Этот комплекс использует современный научно-технический потенциал:

- проектирование сложных систем, основанное на проблемно-ориентированной компоновке масс-спектрометра с аналитической частью, являющейся однотипной (базовой) для группы при-

боров разного назначения и различного применения;

- использование передовых программ расчётов и проектирования ионно-оптических схем, электронных блоков, современных систем обработки данных;

- применение высокотехнологичной компьютерной конструкторской реализации всех систем масс-спектрометра, позволившая получить высокие аналитические, метрологические и эксплуатационные характеристики;

- проведение оценки конкурентоспособности масс-спектрометра на внутреннем и внешнем рынках.

В число типов, разрабатываемых на первом этапе реализации программы, входят приборы на единой базовой основе магнитного анализатора масс:

- масс-спектрометр для изотопного анализа гексафторида урана МТИ-350Г;

- масс-спектрометр для изотопного анализа урана, плутония и смешанного топлива в твердой фазе МТИ-350Т;

- масс-спектрометр для анализа примесей в гексафториде урана МТИ-350П;

- масс-спектрометр для химического анализа исходных и конечных продуктов сублиматного производства  $UF_6$  МТХ-350ГС.

На рис. 1 представлена структурная схема этой серии приборов.

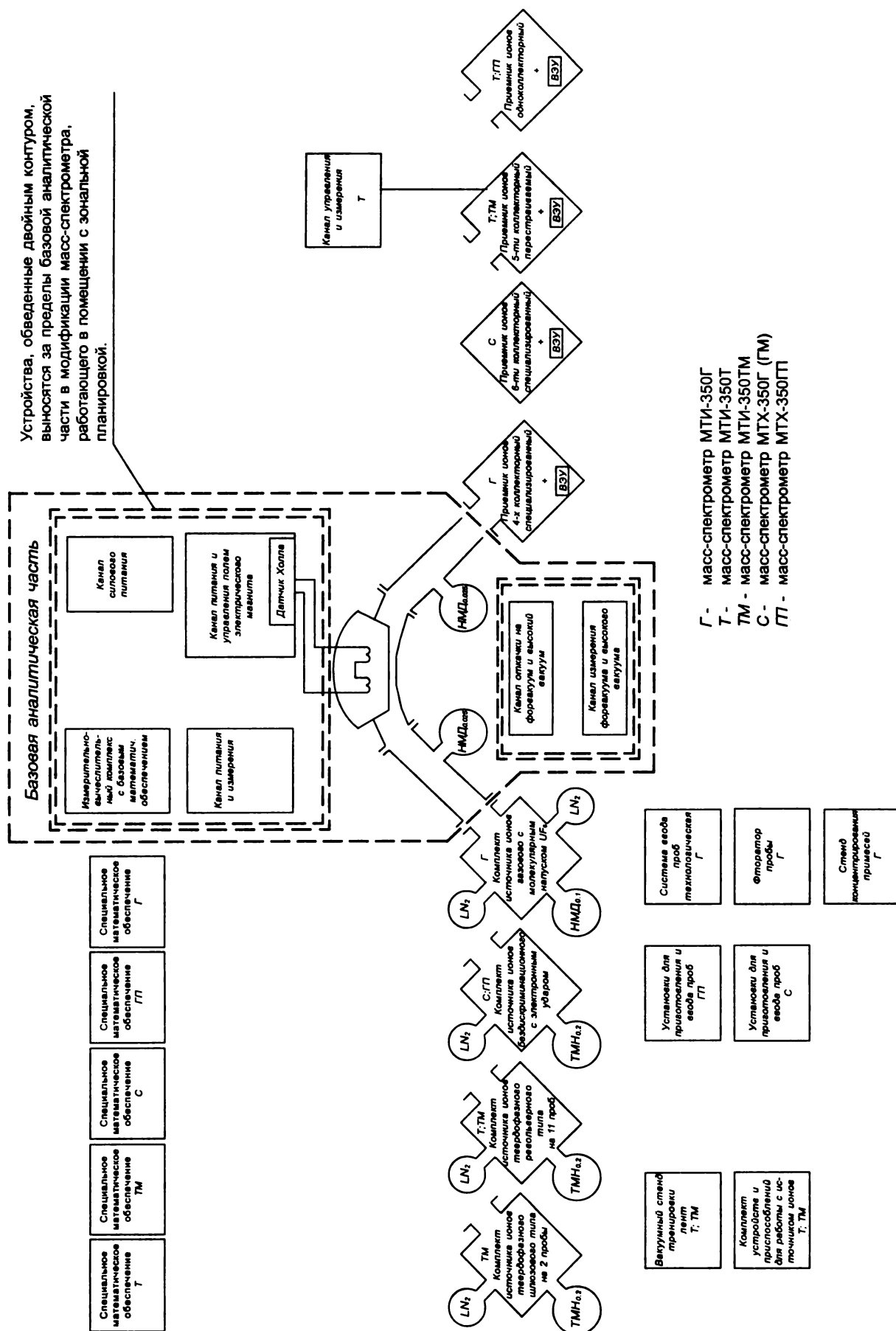


Рис.1. Укрепленная структурная схема комплекса масс-спектрометров для анализа соединений урана

Вся серия строится на основе базовой аналитической части, которая дополняется в зависимости от назначения прибора необходимым типом источника и приемника ионов, набором электронных блоков для формирования соответствующих токов и напряжений на электродах источника ионов, а так же возможно использование различных откачных средств. Для подготовки и ввода пробы применяются соответствующие системы и дополнительные устройства.

Первый из ряда масс-спектрометров, разработка которого завершена и начато серийное производство - это масс-спектрометр для изотопного анализа урана в газовой фазе, получивший условное наименование МТИ-350Г (масс-спектрометр технологический изотопный с максимальным регистрируемым массовым числом не менее 350 а.е.м., предназначен для анализа проб в газовой форме).

Исходя из принятой базовой модульной концепции построения масс-спектрометра, весь прибор состоит из четырех основных частей:

- системы подготовки и ввода пробы в источник ионов;
- аналитической части, включающей базовую аналитическую часть и все элементы получения, формирования пучка, разделения по массам ионов, коллекторной системы и устройств измерения тока ионов;
- электронной системы стабильного питания, управления исполнительными устройствами и регистрации тока ионов;
- программно-вычислительного комплекса на базе промышленного компьютера с программным обеспечением, управляющего всеми подсистемами прибора, как в режиме настройки, так и в режиме автоматических измерений.

В 2002 году закончилась разработка современного специализированного масс-спектрометра для изотопного анализа урана в газовой фазе ( $UF_6$ ), предназначенного для разделительных производств отрасли. Два опытных образца МТИ-350Г были настроены и прошли государственные приёмочные испытания. По ряду основных аналитических параметров и стоимости очевидно преимущество современного прибора МТИ-350Г перед зарубежными аналогами.

### Система ввода проб

Система ввода проб предназначена для подготовки к анализу и вводу в источник ионов газа гексафторида урана ( $UF_6$ ) с известной концентрацией изотопов урана (стандартные образцы гексафторида урана), а также проб с неизвестным содержанием изотопов урана из пробоотбор-

ников и технологических линий.

Система ввода проб может быть использована как для работы в лабораторном варианте (анализ проб из пробоотборников), так и в технологическом (анализ из технологических линий) и имеет следующие технические характеристики:

- семь независимых каналов напуска газа  $UF_6$ ;
- два канала - для напуска пробы и пять каналов - для напуска стандартных образцов (СО)  $UF_6$ ;
- в качестве устройства ввода газа в источник ионов применен восьмиклапанный натекагель оригинальной конструкции;
- управление электромагнитными клапанами осуществляется как в ручном, так и в автоматическом режимах;
- управление вакуумными коммуникациями осуществляется при помощи электромагнитных клапанов и ручных клапанов;
- система откачки имеет две независимые линии, одна из которых является линией для эвакуации газа из магистрали ввода  $UF_6$  в источник ионов, другая - линия откачки воздуха из устройств подсоединения отборников с пробами и СО к системе и эвакуации порций  $UF_6$  из линий ввода пробы после анализа;
- сосуд, в который погружены форвакуумные ловушки, охлаждаемые жидким азотом, имеет конструкцию, требующую однократного пополнения жидким азотом за рабочую смену.

### Базовая аналитическая часть

Базовая аналитическая часть магнитных специализированных масс-спектрометров (рис.2) рассчитана на обеспечение высоких аналитических характеристик всех разрабатываемых на ее основе моделей. Базовая часть включает в себя: секторный электромагнит с блоками питания; камеру масс-анализатора; систему обеспечения вакуума с высоковакуумными и форвакуумными насосами; стойку базовой части.

Ионно-оптическая схема (рис. 3) разработана на основе секторного магнитного анализатора с радиусом центральной траектории 250 мм и углом отклонения 90 градусов.

### Состав электронной части

Масс-спектрометр МТИ-350Г выполнен с использованием проблемно-ориентированного модульного принципа, что отражается в конструктивном решении электронной части как совокупности стандартизованных блоков. В каждом типе прибора из разрабатываемой серии планируется использование своего набора из типовых блоков, имеющих одинаковое исполнение для

разных типов приборов, и индивидуальных блоков, характерных только для одного типа прибора. Все блоки выполнены в конструктиве

евромеханики, устанавливающим стандартные габариты конструктивов блоков, кратные по высоте  $U = 44,45$  мм и ширине  $HP = 5,08$  мм.

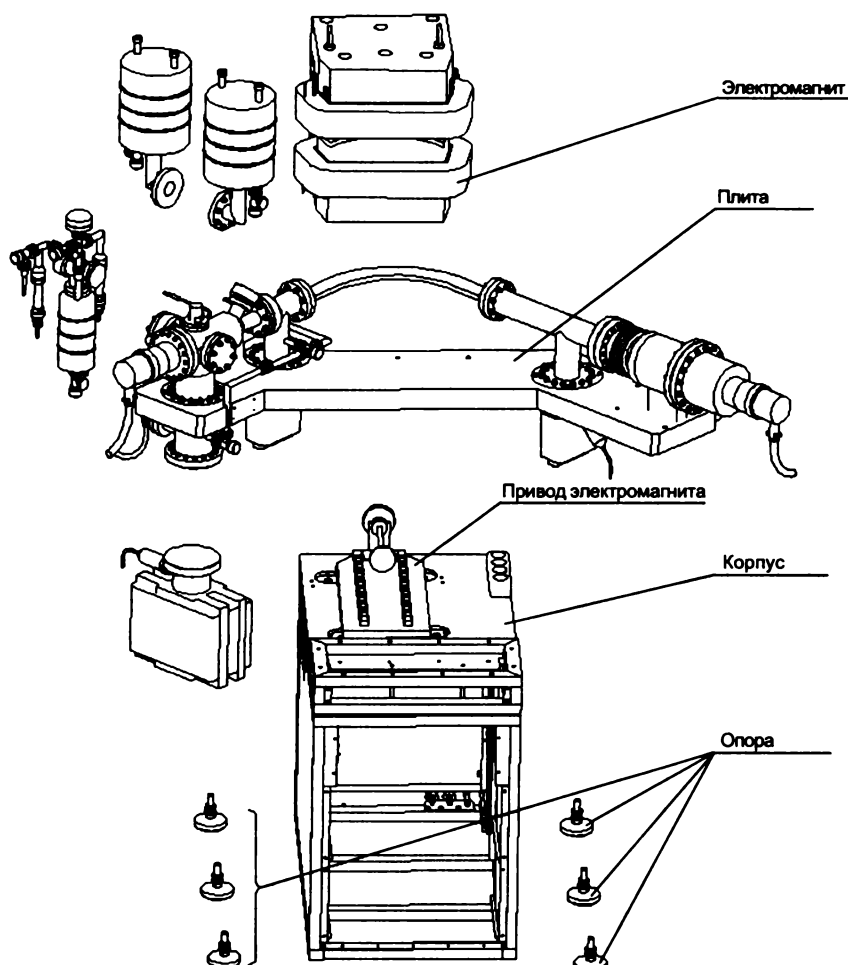


Рис.2. Базовая аналитическая часть масс-спектрометра

В состав электронной части масс-спектрометра входят:

- канал питания электромагнита анализатора;
- канал питания газового источника ионов;
- канал регистрации ионных токов;
- канал индикации вакуума;
- канал управления клапанами;
- система вакуумной откачки;
- система силового питания.

### Программно-технический комплекс масс-спектрометра

Программно-технический комплекс состоит из трёх основных частей:

- специализированного промышленного компьютера (СПК), отличающегося от бытового компьютера повышенной надёжностью и устойчивостью к внешним воздействиям, с программным обеспечением;
- технических средств для связи СПК с подсистемами масс-спектрометра;
- программного обеспечения (т.е. собственно при-

кладного программного обеспечения).

### Спецвычислитель

Спецвычислитель стандарта IBM PC собран на шасси промышленного компьютера, обладающего повышенными характеристиками надёжности и отказоустойчивости. В качестве базового конструктива устройства накопления и обработки информации выбрано наиболее мощное шасси типа IPC-623, предназначенное для установки в 19-дюймовые стойки.

### Интерфейс

Интерфейс CAN – последовательный протокол связи, обладающий высоким уровнем надёжности информационного обмена, используется для информационной связи устройств масс-спектрометра и компьютера. Основные характеристики и принципы построения закреплёны в стандарте ISO 11898. Максимальная скорость передачи в соответствии со стандартом составляет 1 Мбит/с.



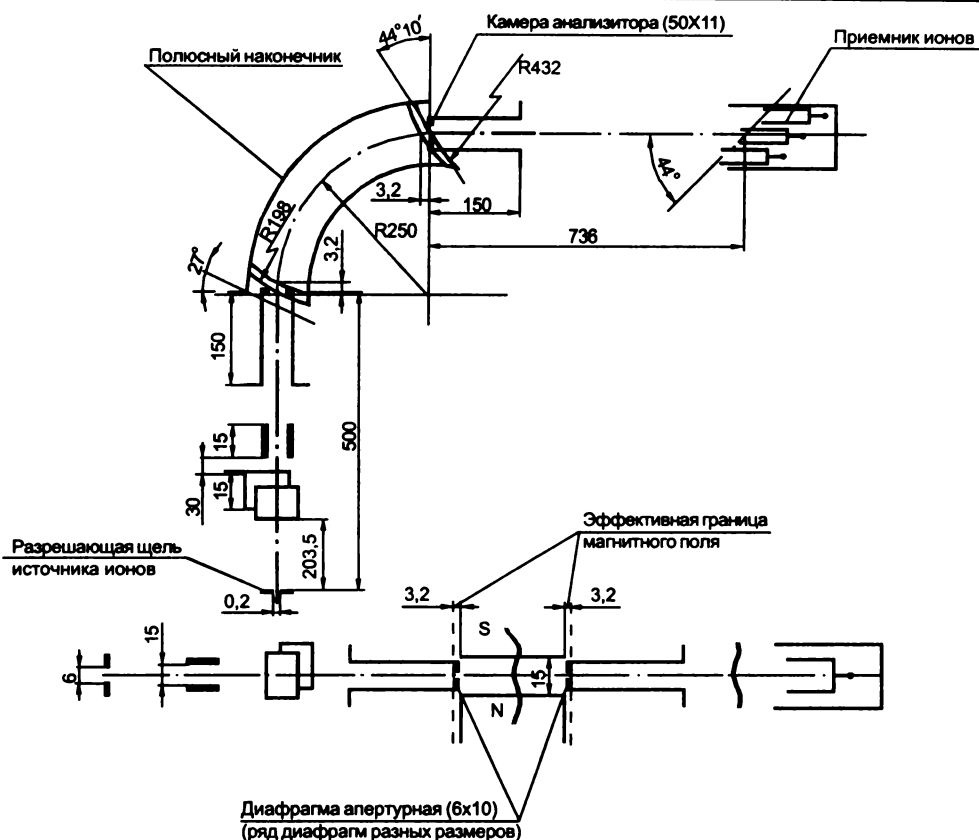


Рис.3. Ионно-оптическая схема масс-спектрометра

### Программное обеспечение

Программное обеспечение МТИ-350Г неразрывно связано с техническими средствами масс-спектрометра и может рассматриваться только как составная часть программно-технического комплекса

Общий подход к разработке программного обеспечения определялся следующими положениями:

- разработка исходного кода всех программ пакета для единой целевой платформы и в рамках единой среды разработки;
- создание удобного пользовательского интерфейса, не требующего от оператора специальных знаний;
- реализация программной многозадачности, позволяющей одновременно с выполнением основной задачи - автоматическими измерениями - выполнять другие действия: изменять настройки программы, просматривать базы данных, управлять устройствами масс-спектрометра и т. д.;
- использование встроенных в программу эффективных средств защиты информации от несанкционированного доступа;
- защита структуры данных программы от случайных повреждений, что достигается следующими способами:

а) поля редактирования переменных не позволяют пользователю ввести недопустимые значения;

б) периодически контролируется целостность структуры данных программы;

в) перед выполнением анализа осуществляется дополнительная проверка правильности используемых данных;

- использование встроенных в программу средств управления базами данных, которые позволяют работать с практически неограниченным количеством наборов данных, таких как характеристики стандартных образцов, параметры методик измерений, временные характеристики круглосуточного графика измерений и др.;

- возможность передачи результатов измерений на файл-сервер двумя способами: по сети Ethernet и/или через последовательный интерфейс RS-232/RS-485;

- применение технологии объектно-ориентированного программирования, что позволяет использовать практически без изменений объекты программ в других масс-спектрометрических приложениях.

Текст программы выполнен таким образом (с помощью директив условной компиляции), что возможна реализация комплекса в виде нескольких исполняемых файлов (отдельных программ).

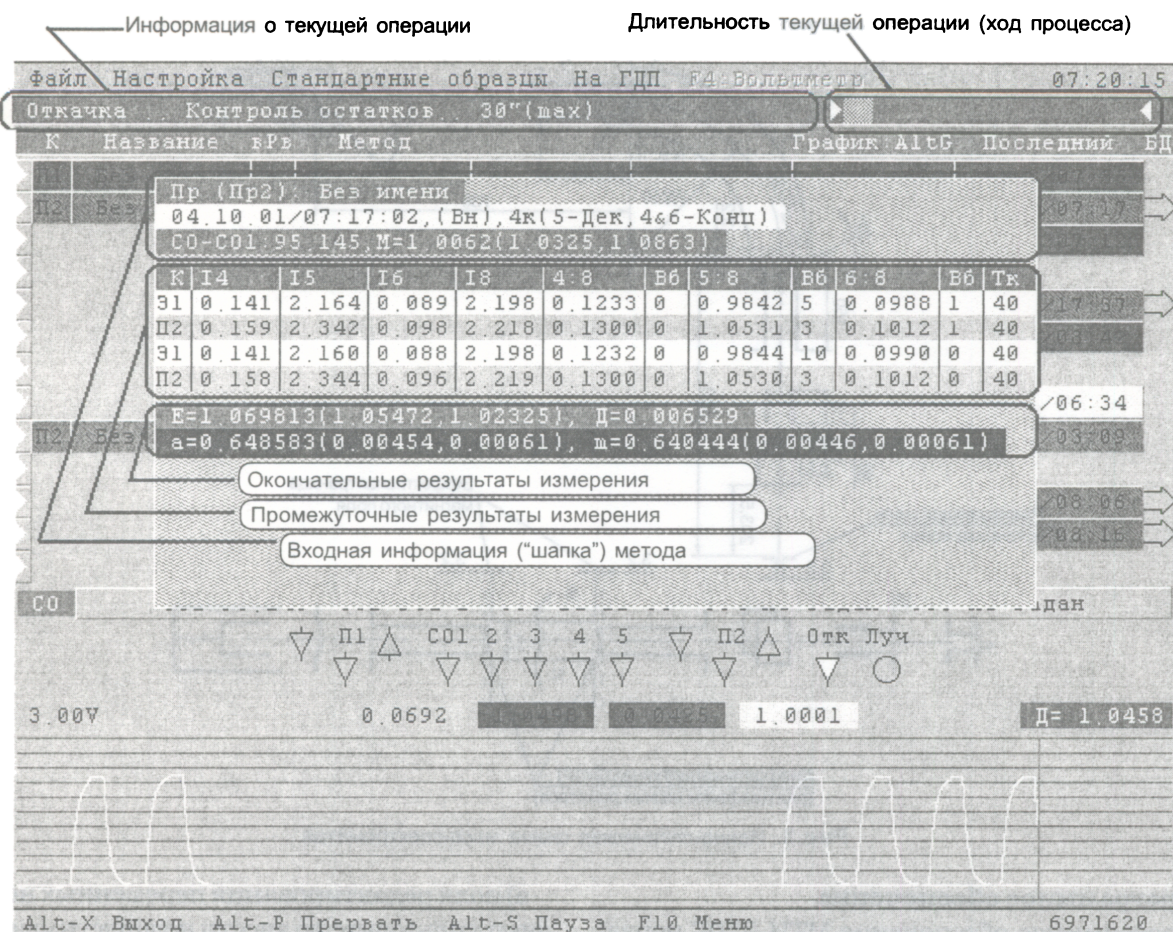


Рис.4. Типовой вид экрана при выполнении анализа

Функциональное назначение основных режимов работы:

**"Тесты"** – проверка функционирования и диагностика неисправностей технических средств МТИ-350Г;

**"Юстировочная среда"** – настройка масс-спектрометра, градуировка технических средств, определение ряда аналитических характеристик;

**"Измерения"** – подготовка и проведение автоматических измерений изотопного состава урана (по требованию оператора или по графику круглосуточной работы), работа с БД;

**"Общие настройки"** – настройки общие для трех предыдущих режимов, сервисные функции, не связанные с работой технических средств масс-спектрометра (переопределение паролей, даты и времени, просмотр графических изображений и др.).

Программное обеспечение, реализующее эти перечисленные задачи, составляет автоматизированное рабочее место оператора - масс-спектрометриста (АРМ МС). Это базовое программное обеспечение, поставляемое вместе с масс-спектрометром.

### Сравнительные характеристики масс-спектрометров

При составлении технического задания на разработку масс-спектрометра МТИ-350Г прототипом был выбран масс-спектрометр МАТ-281 германской фирмы "Finnigan MAT", являющийся в настоящее время лучшим зарубежным прибором для изотопного анализа урана в газовой фазе. Также учитывались характеристики масс-спектрометров серии МИ-1201 производства АО "Selmi" (Украина), широко используемых на раздельных предприятиях Минатома РФ. По результатам испытаний сделан вывод, что масс-спектрометр МТИ-350Г не уступает, а по ряду характеристик превосходит вышеназванные аналоги (см.таблицу).

Масс-спектрометр МТИ-350Г выдержал сертификационные испытания Госстандарта и внесён в реестр разрешенных измерительных средств России. Сертификат Госстандарта России RU.C.31.005A. № 13014 удостоверяет утверждение типа средства измерений масс-спектрометра МТИ-350Г на срок до 01 октября 2007 г. Прибор зарегистрирован в Государственном реестре

## Сравнительные характеристики масс-спектрометров МИ1201АГ, МАТ-281, МТИ-350Г

Аналитическая характеристика, показатель назначения	МИ-1201АГМ-01 Selmi, Украина (из ТУ)	МАТ-281 Finnigan МАТ, Германия (из ТУ)	МТИ- 350Г (результаты испытаний)
1. Разрешающая способность не менее	750	500	960
2. Дисперсия, мм	4,6	4,6	7,26
3. Нестабильность на склоне пика	$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$1,65 \cdot 10^{-5}$
4. Верхняя граница диапазона масс, а.е.м	350	350	600
5. Изотопическая чувствительность	$\leq 1 \cdot 10^{-5}$	$\leq 1 \cdot 10^{-5}$	$0,75 \cdot 10^{-5}$
6. Неплоскостность вершины	$\leq 2,0 \cdot 10^{-4}$	$\leq 2,0 \cdot 10^{-4}$	$1,85 \cdot 10^{-4}$
7. Расход пробы при молекулярном напуске, мг/час		$\leq 1$	0,49
8. Коэффициент памяти	1,01	1,003	1,003
9. Время откачки до уровня 0,1%,с.	< 20	< 30 (до 0,01%)	19
10. Порог чувствительности массовой доли урана	$\leq 1 \cdot 10^{-5}$	—	$0,4 \cdot 10^{-5}$
11. Относительное стандартное отклонение единичного измерения массовой доли урана не более, %:			
для $^{235}\text{U}$ от 0,05 до 0.5%	—	—	0,055
для $^{235}\text{U}$ от 0.5 до 1.0%	—	—	0,028
для $^{235}\text{U}$ от 1.0 до 5.0%	—	0,020	0,013
для $^{234,236}\text{U}$ от 0.005 до 0.05%	—	—	0,24
для $^{234,236}\text{U}$ от 0.001 до 0,005%	—	—	2,8
для $^{234,236}\text{U}$ <0.001%	—	—	9,1
12. Предел допускаемого значения СКО случайной составляющей погрешности при измерениях изотопных отношений $^{235}/^{238}$ в природном уране, %	0,02	0,02	0,013

средств измерений под №23457-2 и допущен к применению в Российской Федерации.

Масс-спектрометр для изотопного анализа ура-

на в газовой фазе МТИ-350Г обладает патентной чистотой в отношении РФ, США, Великобритании, Германии, Франции, Украины и Японии.

\* \* \* \* \*

#### DEVELOPMENT OF THE FIRST RUSSIAN MТИ-350G MASS- SPECTROMETER FOR $\text{UF}_6$ ISOTOPE ANALYSIS

A.V.Saprygin, V.A.Kalashnikov, Yu.N.Zalesov, V.A.Artemyev, V.P.Gusev, A.B.Maleyev, D.V.Novikov, A.Yu.Kovalev, N.I.Utev, A.M.Kostrukov, V.S.Kisel', S.I.Shvetsov, A.S.Shtan', G.I.Kiryanov

The paper outlines basic design principles of special-purpose MS equipment based on standard analytical MS system. The first Russian MТИ-350G Mass-Spectrometer development is described as a specialized system for uranium isotope measurements in gas samples, designed for separation production and applied as integral part of process Automated Control System.